

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
Please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-240822

(43) 公開日 平成11年(1999)9月7日

(51) Int.Cl.[®]

A 61 K 7/06

識別記号

F I

A 61 K 7/06

審査請求 未請求 請求項の数 7 FD (全 16 頁)

(21) 出願番号 特願平10-58903

(22) 出願日 平成10年(1998)2月24日

(71) 出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72) 発明者 大村 孝之

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂第一リサーチセンター内

(74) 代理人 弁理士 館野 千恵子

(54) 【発明の名称】 毛髪処理剤

(57) 【要約】

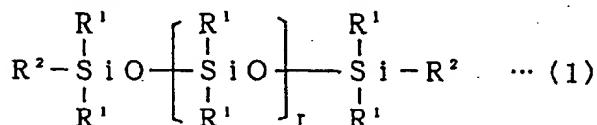
【課題】 毛髪に豊かな光沢と滑らかさを与え、かつ枝毛、切れ毛等の毛髪の損傷を予防し、発生した枝毛に対しては修復をして目立たなくする効果を有する毛髪処理剤を提供する。

【解決手段】 (A) 重合度が3000~20000の高分子量シリコーン、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーン誘導体と、(B) アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合した特定のシリル化ペプチドとを配合する。

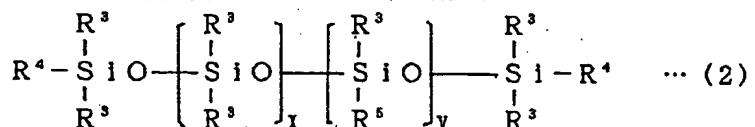
【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(A)および成分(B)を含有することを特徴とする毛髪処理剤。

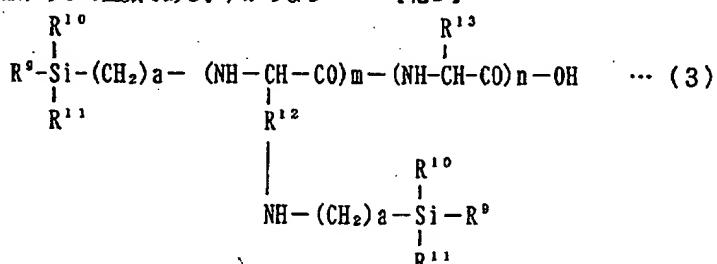
(A) 下記一般式(1)で示される高分子量シリコーン



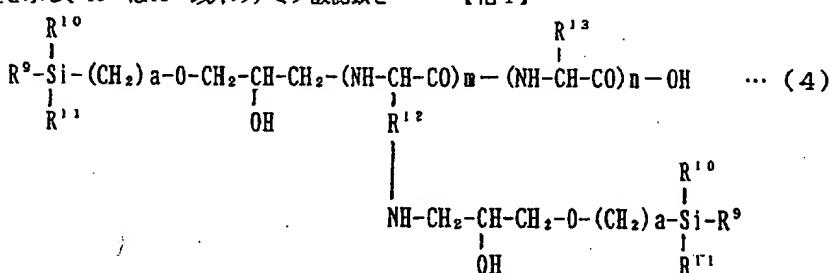
(式中、R¹はメチル基または一部がフェニル基を表し、R²はメチル基または水酸基を表す。xは3000～20000の整数を示す。)



(式中、R³はメチル基または一部がフェニル基を表し、R⁴はR⁶と同一またはメチル基または水酸基を表す。R⁶は式R⁶Z (R⁶は3から6の炭素原子を有する2価のアルキレン基を表し、Zは-NR⁷₂、-N⁺R⁷₃A⁻、-NR⁷(CH₂)_nNR⁷₂、-NR⁷(CH₂)_nN⁺R⁷₃A⁻および-NR⁷(CH₂)_nN(R⁷)C=O (R⁷は水素または1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、R⁸は1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、A⁻は塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を表し、aは2から6の整数である。)からなる



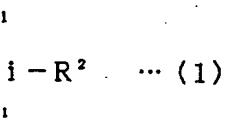
(式中、R⁹、R¹⁰、R¹¹は炭素数1～3のアルキル基または水酸基を示し、これらのR⁹、R¹⁰、R¹¹はすべて同じでもよく、また異なるっていてもよい。R¹²は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、R¹³はR¹²以外のアミノ酸側鎖を



(式中、R⁹、R¹⁰、R¹¹は炭素数1～3のアルキル

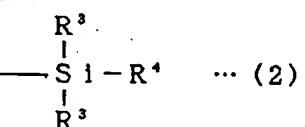
および/または下記一般式(2)で示されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーン誘導体の一種または二種以上。

【化1】



(式中、R¹は20000の整数を示す。)

【化2】

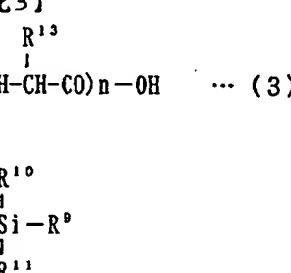


(式中、R³はメチル基または一部がフェニル基を表し、R⁴はR⁶と同一またはメチル基または水酸基を表す。R⁶は式R⁶Z (R⁶は3から6の炭素原子を有する2価のアルキレン基を表し、Zは-NR⁷₂、-N⁺R⁷₃A⁻、-NR⁷(CH₂)_nNR⁷₂、-NR⁷(CH₂)_nN⁺R⁷₃A⁻および-NR⁷(CH₂)_nN(R⁷)C=O (R⁷は水素または1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、R⁸は1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、A⁻は塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を表し、aは2から6の整数である。)からなる

群から選ばれる1価の基を表す。)で表されるアミノ基またはアンモニウム基を有する置換基を表し、xおよびyはそれぞれ正の整数で、x+yは3,000～20,000の整数を表し、y/xは1/500～1/100,00である。】

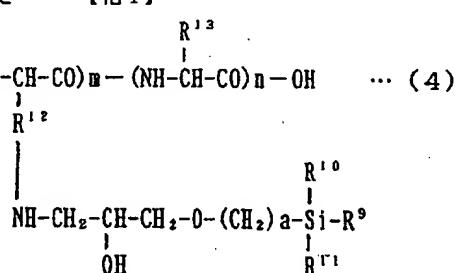
(B) 下記一般式(3)または(4)で表されるアミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチド。

【化3】



(式中、aは1または3で、mは0～200、nは0～200、m+nは1～200である。(ただし、mおよびnはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない。)】

【化4】



(式中、R⁹、R¹⁰、R¹¹は炭素数1～3のアルキル

すべて同じでもよく、また異なっていてもよい。R¹²は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、R¹³はR¹²以外のアミノ酸側鎖を示し、aは1または3で、mは0～200、nは0～200、m+nは1～200である。(ただし、mおよびnはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない。)】

【請求項2】シリル化ペプチドの配合量が、0.05～30.0重量%で、高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性シリコーンおよび/またはアンモニウム変性シリコーンの配合量が0.1～10.0重量%である請求項1記載の毛髪処理剤。

【請求項3】高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンを液状の環状シリコーンに溶解せしめたものを配合する請求項1または2記載の毛髪処理剤。

【請求項4】高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンを液状の鎖状シリコーンに溶解せしめたものを配合する請求項1または2記載の毛髪処理剤。

【請求項5】高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンを液状のイソパラフィン系炭化水素に溶解せしめたものを配合する請求項1または2記載の毛髪処理剤。

【請求項6】高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンの溶液を乳化剤で乳化してなるエマルジョン型の毛髪処理剤である請求項3～5のいずれかに記載の毛髪処理剤。

【請求項7】乳化に際して、水溶性多価アルコールに乳化剤を溶解せしめた液に、高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンの溶液を添加し、乳化させてなる請求項6記載の毛髪処理剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、毛髪に対して、優れた光沢となめらかな感触を付与し、枝毛修復効果も有する毛髪処理剤に関する。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来、毛髪処理剤には、毛髪に光沢や滑らかさを与える目的で、シリコーン油、高分子シリコーン、エステル油、炭化水素油などの油分が可溶化、乳化、溶解して用いられている。特に、シリコーン油や高分子シリコーンは、表面張力が低く、毛髪へのなじみに優れ、良い光沢が得られるため、近年多用されているものである。しかしな

がら、シリコーン油や高分子シリコーンは本来、親油性(疎水性)物質であり、損傷の少ない毛髪、すなわち、疎水性が強い毛髪には吸着しやすいが、損傷毛、すなわち、損傷によって親水性基が表面に露出してきて親水性が強くなった毛髪には吸着しにくいといわれており、損傷毛に対しては、シリコーン油、高分子シリコーンの有する特性を充分に発揮することができないという問題があった。また、一般に毛髪は、洗髪、ブラッシング、ドライヤーによる熱、ヘアカラー、ブリーチ剤等による美容処理を頻繁に繰り返し行うと著しく損傷劣化し、その結果、乾燥してばさついたり、枝毛、切れ毛、抜け毛等の増加および強度低下を引き起こすことはよく知られたことである。そこで、上述のような化学的または機械的毛髪損傷に対し、毛髪の保護修復を目的に、毛髪用組成物には基剤として、天然物から抽出した各種原料、例えば、タンパク質、多糖、抽出エキス、天然高分子またはこれらを構成している単体もしくはオリゴ体、例えば、アミノ酸、ペプチド等が配合される。また、毛髪に光沢と滑らかさを与えるながら毛髪の損傷を防止する目的で、特開昭63-183517号公報、特開昭63-243018号公報、特開昭63-313712号公報、特開平5-85918号公報に見られるように、高分子量のジメチルポリシロキサンや高分子量のメチルフェニルシロキサン、あるいはアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンを用いる技術が知られている。しかしながら、天然抽出原料では毛髪損傷防止効果が充分でなく、使用後の滑らかさなどの感触の点で満足できるものではなく、また高分子量のジメチルポリシロキサンや高分子量のメチルフェニルポリシロキサンでは毛髪損傷防止効果および使用後の毛髪への光沢および滑らかさの付与にはある程度の効果を有するが、ブラッシングやドライヤー処理によるその効果の持続性の点では満足できるものではなかった。

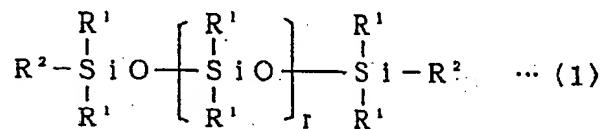
【0003】

【課題を解決するための手段】本発明者は、このような従来の欠点を解決し、毛髪に優れた光沢を与え、なめらかな感触を付与し、頭髪の脂じみがなく、良好な枝毛修復効果を有し、かつそれらの効果が持続する毛髪処理剤を得るべく鋭意研究を行った結果、特定の高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンの一種または二種以上と、アミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリル化ペプチドとを配合して毛髪処理剤を調製したならば、上記目的を達成できることを見い出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

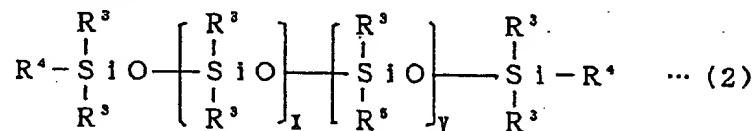
【0004】すなわち、本発明は、次の成分(A)および成分(B)を含有することを特徴とする毛髪処理剤である。

【0005】(A)下記一般式(1)で示される高分子

量シリコーンおよび/または下記一般式(2)で示される
アミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーン誘導体の一種または二種以上。



【0007】(式中、R¹はメチル基または一部がフェニル基を表し、R²はメチル基または水酸基を表す。rは3000~20000の整数を示す。)



【0009】(式中、R³はメチル基または一部がフェニル基を表し、R⁴はR⁵と同一またはメチル基または水酸基を表す。R⁵は式R⁶Z (R⁶は3から6の炭素原子を有する2価のアルキレン基を表し、Zは-NR⁷₂、-N⁺R⁷₃A⁻、-NR⁷(CH₂)_aNR⁷₂、-NR⁷(CH₂)_aN⁺R⁷₃A⁻および-NR⁷(CH₂)_aN(R⁷)C=O(R⁸) (R⁷は水素または1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、R⁸は1から4の炭素原子を有するアルキル基を表し、Aは塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を表し、aは2から6の整数である。)からなる群から選ばれる1価の基を表す。)で表されるアミノ

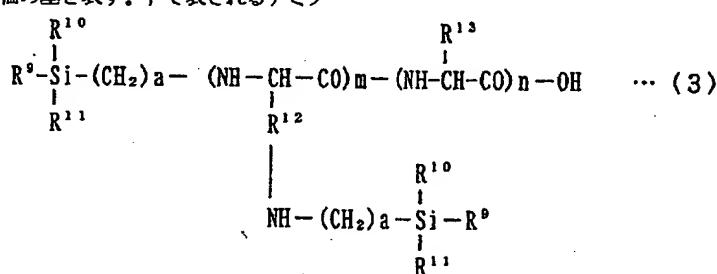
【0006】
【化5】

【0008】
【化6】

基またはアンモニウム基を有する置換基を表し、xおよびyはそれぞれ正の整数で、x+yは3,000~20,000の整数を表し、y/xは1/500~1/10000である。]

【0010】(B)下記一般式(3)または(4)で表されるアミノ酸側鎖のアミノ基を含むペプチドのアミノ基にケイ素原子をただ一つ含む官能基が共有結合したシリ化ペプチド。

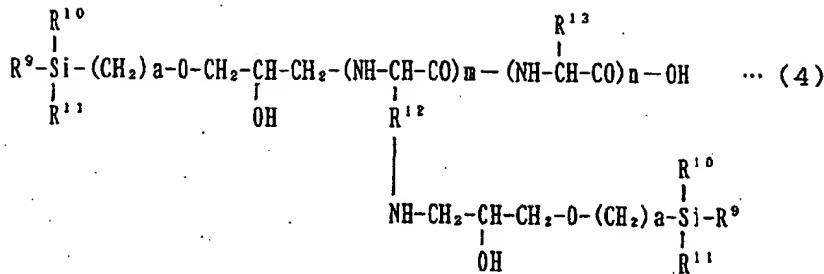
【0011】
【化7】



【0012】(式中、R⁹、R¹⁰、R¹¹は炭素数1~3のアルキル基または水酸基を示し、これらのR⁹、R¹⁰、R¹¹はすべて同じでもよく、また異なっていてもよい。R¹²は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、R¹³はR¹²以外のアミノ酸側鎖を示し、aは1または3で、mは0~2

00、nは0~200、m+nは1~200である。
(ただし、mおよびnはアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない。)]

【0013】
【化8】



【0014】〔式中、 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} は炭素数1～3のアルキル基または水酸基を示し、これらの R^9 、 R^{10} 、 R^{11} はすべて同じでもよく、また異なっていてもよい。 R^{12} は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、 R^{13} は R^{12} 以外のアミノ酸側鎖を示し、 a は1または3で、 m は0～200、 n は0～200、 $m+n$ は1～200である。

(ただし、 m および n はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない。)】

【0015】((A)高分子量シリコーン、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーン)本発明で使用する高分子量シリコーンは、上記一般式(1)で表される高分子量のもので、式中の r の値は、3000～20000である。分子量でいうと、約37万～150万程度であり、性状は常温で軟質ゴム状を呈している。具体的な構造を化学名で示せば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、末端水酸基含有ジメチルポリシロキサン、末端水酸基含有メチルフェニルポリシロキサンなどが挙げられる。また、本発明の上記一般式(2)で表されるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンの $x+y$ は、3000～20000であり、好ましくは、4000～10000である。上記一般式(1)および(2)において、 r または $x+y$ の値が3000未満では、油状で、毛髪損傷防止効果が不充分であり、20000を越えるとシリコーン油等の他の原料に溶解しにくくなり、毛髪処理剤あるいは洗浄剤に配合することが難しくなる。また、一般式(2)において、特開昭58-210005号公報によると、 $x+y$ が1から2000のアミノ基およびアンモニウム基を有するシリコーンを毛髪化粧料に配合することは既に知られている。しかしながら、これらのシリコーンは油状のものであり、毛髪損傷防止効果は不充分なものである。また、 y/x は1/500～1/10000であり、好ましくは、1/500～1/2000である。1/500を越えるとシリコーン中のアミノ基またはアンモニウム基の含有率が高くなり、製造時に架橋反応等が起きたり、また原料臭の点からも好ましくない。1/10000未満では、毛髪に対する相互作用が不充分となり、毛髪損傷防止効果の持続性が悪くなる。

【0016】本発明に用いられるアミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーンは、一般的ジメチルボ

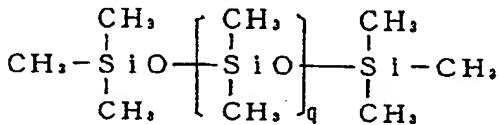
リシロキサン、アミノ変性またはアンモニウム変性シリコーンと同じ製造法で作ることができる。例えば、アミノ変性高分子量シリコーンは、 γ -アミノプロピルメチルジエトキシシランと環状ジメチルポリシロキサンとヘキサメチルジシロキサンとをアルカリ触媒下に重総合反応させることによって作ることができる。本発明で使用するアミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーンは軟質ゴム状であり、シリル化ペプチドと併用することにより、多量に用いたり、長い間連用しても頭髪、頭皮のベタツキがなく、優れた光沢を与え、滑らかな感触を付与し、毛髪の損傷を防止することができる極めて優秀な毛髪処理剤とことができる。

【0017】本発明における高分子量シリコーン、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーンの配合量は、毛髪処理剤全量中の0.1～10.0重量%、好ましくは0.5～5.0重量%である。0.1重量%未満では充分な効果が得られず、10.0重量%を越えると溶解しにくくなる。特に、この毛髪処理剤をリンス効果剤として用いる時は、毛髪処理剤総重量当たり、0.1～10.0重量%、好ましくは、0.2～8.0重量%である。0.1重量%未満では充分な効果が得られず、逆に10.0重量%を越えると高分子量シリコーンの溶解性が悪くなり、好ましくない。

【0018】本発明の高分子量シリコーン、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子量シリコーンを毛髪処理剤中に配合する場合、液状の油に溶解して配合することが好ましい。もちろん、毛髪処理剤中に別々に配合して、系中で溶解させててもよい。液状油としては、鎖状シリコーンや環状シリコーンまたはイソパラフィン系炭化水素等を挙げることができる。上記鎖状シリコーンは次の一般式で示すことができる。

【0019】

【化9】

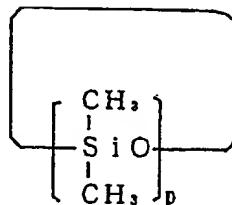


【0020】(式中、 q は0～650の整数を表す。)このような鎖状シリコーン油としては、例えば、ジメチルポリシロキサン(粘度0.65～5cSt/25°C)

等が挙げられる。また、環状シリコーンは次の一般式で示される。

【0021】

【化10】

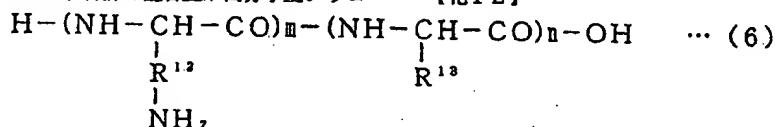


【0022】(式中、pは3~7の整数を表す。)

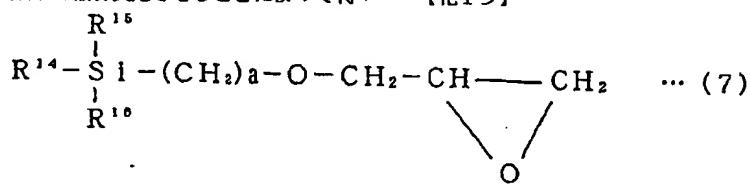
【0023】これらの化合物の具体例としては、次の一般名で称されている、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサンおよびテトラデカメチルシクロヘキサシロキサン等が挙げられる。

【0024】イソパラフィン系炭化水素としては、常圧における沸点が60~260°Cの範囲にあるイソパラフィン系炭化水素を挙げることができ、例えば、エクソン社製のアイソパーA(登録商標)、同C、同D、同E、同G、同H、同K、同L、同M、シェル社のシェルゾーリ71(登録商標)、フィリップ社のソルトール100(登録商標)あるいは同130、同220等を挙げることができる。

【0025】上記低沸点油は、任意の一種または二種以上を用いることができ、合計の配合量が高分子量シリコ



【0030】[式中、R¹²は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基を示し、R¹³はR¹²以外のアミノ酸側鎖を示し、mは0~200、nは0~200、m+nは1~200である。]で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得



【0033】[式中、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶は炭素数1~3のアルキル基、炭素数1~3のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらのR¹⁴、R¹⁵、R¹⁶はすべて同じでもよく、また異なっていてもよい。aは1または3を示す。]で表されるシリル化合物と、上記の一般式(6)で表されるペプチド類とを縮合反応させることによって得られる。

【0034】(シリル化ペプチドの特性) 一般式(3)

ーンおよび/またはアミノ変性またはアンモニウム変性高分子シリコーンに対して1~50倍(重量)が好ましく、毛髪処理剤組成物全量中の10~80重量%となるように選ぶことが好ましい。また洗浄剤として用いる時には20重量%以内が好ましい。

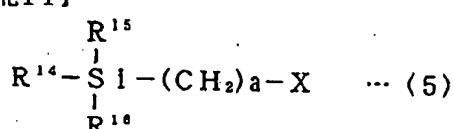
【0026】((B)シリル化ペプチド) 次に、本発明に用いられるシリル化ペプチドは、前記した一般式

(3)または(4)で表されるものである。一般式

(3)で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記の一般式(5)

【0027】

【化11】



【0028】[式中、R¹⁴、R¹⁵、R¹⁶は、炭素数1~3のアルキル基、炭素数1~3のアルコキシ基、水酸基またはハロゲン原子を示し、これらのR¹⁴、R¹⁵、R¹⁶はすべて同じでもよく、また異なっていてもよい。aは1または3で、XはCl、Br、F、Iなどのハロゲン原子を示す。]で表されるシリル化合物と、下記の一般式(6)

【0029】

【化12】

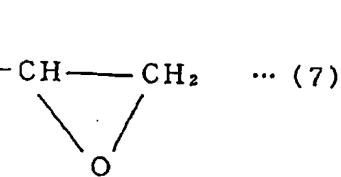


られる。

【0031】また、一般式(4)で表されるシリル化ペプチドは、例えば、下記の一般式(7)：

【0032】

【化13】



で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドは、その化学構造式からも明らかのように、それぞれ一般式(5)で表されるシリル化合物や一般式(7)で表されるシリル化合物に基づくケイ素原子を含むシリル官能基部分と、一般式(6)で表されるペプチド類に基づくペプチド部分を有するので、これを毛髪処理剤に配合すると、シリル官能基部分の有する優れた伸展性、摩擦低減性、艶や光沢の付与作用、親水性

の付与作用などと、ペプチド部分の有する毛髪への吸着作用、それに伴う毛髪のボリュームアップ、ハリの付与、造膜による保護作用、保湿作用などを同時に発揮させることができる。しかも、ペプチド類は損傷毛への吸着性が良いので、上記シリル化ペプチドは、高分子量のシリコーンでは吸着しにくい損傷毛にペプチド部分を介して、シリル官能基を吸着させることができるので、損傷毛の感触を改善するとともに、強度の回復に寄与することができる。

【0035】従って、このシリル化ペプチドを配合して毛髪処理剤を調製すると、上記シリル化ペプチドが毛髪に艶や潤いを付与し、毛髪をなめらかにし、かつ毛髪の櫛通り性などを改善し、枝毛、切れ毛の発生を防止するとともに、損傷毛の強度を回復させる。

【0036】また、上記一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドは、ペプチド部分に低分子量のシリル官能基が結合したものであって、毛髪には通常のペプチドの吸着機構で吸着するので、ペプチドを含まない洗浄剤で洗浄することにより、可逆的にシリル化ペプチドを毛髪上から脱着することができる。

【0037】一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドにおいて、 R^9 、 R^{10} 、 R^{11} を前記のように特定しているのは、一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドが、水溶性を有し、水溶性の毛髪処理剤中の良好な保存安定性を保つようとするためである。また、 a を1または3と特定しているのは、 a が2の場合は、一般式(5)で表されるシリル化合物や一般式(7)で表されるシリル化合物の状態での保存安定性が悪く、 a が3より大きくなると、分子全体中でシリル官能基部分の占める割合が小さくなり、シリル官能基の有する性質を充分に発揮できなくなるためである。

【0038】(シリル化ペプチドにおけるペプチド部分)一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドにおいて、 R^{12} は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く残基であるが、上記のような側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例えば、リジン、アルギニン、ヒドロキシルアミノ酸などが挙げられる。また、 R^{13} は R^{12} 以外のアミノ酸の側鎖を示すが、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリンなどが挙げられる。

【0039】一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドにおいて、 m は0~200、好ましくは0より大きく50以下(0

$<m \leq 50$)、より好ましくは0より大きく10以下(0< $m \leq 10$)であり、 n は0~200、好ましくは1~100、より好ましくは2~40であり、 $m+n$ は1~200、好ましくは2~100、より好ましくは3~50であるが、これは次の理由によるものである。すなわち、 m が上記範囲より大きくなると、側鎖のアミノ基に結合するシリル官能基が増え、ペプチド本来の毛髪への吸着作用が減少し、 n が上記範囲より大きくなると、ペプチド部分に対するシリル官能基部分の割合が小さくなり、シリル官能基部分が有する特性を充分に発揮することができなくなり、 $m+n$ が上記範囲より大きくなると、ペプチドとしての毛髪への吸着性や浸透性が低分子量のペプチドに比べて減少する上に、保存中に凝集しやすくなり、保存安定性が低下する。

【0040】なお、上記の m 、 n や $m+n$ は、理論的には整数であるが、ペプチド部分が後述するような加水分解ペプチドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なるものの混合物として得られるため、測定値は平均値になる。

【0041】上記一般式(6)で表されるペプチド類には、アミノ酸、ペプチド、アミノ酸またはペプチドのエステルが含まれる。上記のアミノ酸としては、例えば、アラニン、グリシン、バリン、ロイシン、イソロイシン、アロリン、フェニルアラニン、チロリン、セリン、トレオニン、メチオニン、アルギニン、ヒスチジン、リシン、アスパラギン、アスパラギン酸、グルタミン、グルタミン酸、シスチン、システイン、システイン酸、トリアトファン、ヒドロキシプロリン、ヒドロキシリシン、O-ホスホセリン、シトルリンなどが挙げられる。

【0042】上記ペプチドは、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質(蛋白質)を酸、アルカリまたは酵素で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどである。天然ペプチドとしては、例えば、グルタチオン、バシトラシンA、インシュリン、グルカゴン、オキシトシン、パソブレシンなどが挙げられ、合成ペプチドとしては、例えば、ポリグリシン、ポリリシン、ポリグルタミン酸、ポリセリンなどが挙げられる。加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン(その変性物であるゼラチンを含む)、ケラチン、絹フィブロイン、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米(米穀)タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディタ属、エンドミコブシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌より分解した酵母タンパク、キノコ類(担子菌)より抽出タンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリまたは酵素で部分的に加水分解して得られるペプチドなどが挙げられる。上記アミノ酸またはペプチドのエステルと

しては、上記アミノ酸またはペプチドのカルボキシル基における炭素数1～20の炭化水素アルコールとのエステル、例えば、メチルエステル、エチルエステル、プロピルエステル、イソプロピルエステル、ラウリルエステル、セチルエステル、2-エチルヘキシリエステル、2-ヘキシリデシルエステル、ステアリルエステルなどが挙げられる。

【0043】(シリル化ペプチドの合成) 上記一般式(3)および一般式(4)で表されるシリル化ペプチドは、一般式(5)で表されるシリル化合物や一般式(7)で表されるシリル化合物と、一般式(6)で表されるペプチド類とを接触反応させて得られたものであるが、一般式(5)で表されるシリル化合物や一般式(7)で表されるシリル化合物は、シランカップリング剤として市販されているものを使用することができる。そのようなシランカップリング剤としては、例えば、東芝シリコーン(株)製のTSL8390、TSL8219、TSL8395、TSL8326、TSL8325、TSL8320、TSL8355、TSL8350(いずれも商品名)、日本ユニカー(株)製のSH6040、SH6076(いずれも商品名)、信越シリコーン(株)製のKMB403、KMB402、KMB703(いずれも商品名)などが挙げられる。

【0044】上記一般式(5)で表されるシリル化合物や一般式(7)で表されるシリル化合物と、一般式(6)で表されるペプチド類との反応は、例えば、まず、シリル化合物を30～50℃の水中で5～20分間攪拌して加水分解することにより、ケイ素原子に結合するアルコキシ基やハロゲン原子を水酸基に変換した後、この水酸基化したシリル化合物を一般式(6)で表されるペプチド類の溶液に滴下し、両者を接触させることによって行われる。上記反応に際して、ペプチド類は30～50重量%程度の水溶液にするのが好ましく、水酸基化したシリル化合物の滴下は30分～5時間で終了するのが好ましい。

【0045】一般式(5)で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応時、反応によってハロゲン化水素が生成して反応後のpHが低下するので、反応と同時に水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ溶液を滴下して、反応系内のpHを8～11、特に、9～10に保つことが好ましい。また、一般式(7)で表されるシリル化合物を用いる場合は、反応によるpHの低下は生じないが、反応は塩基性で進行するので、ペプチド溶液のpHを8～11、特に、9～10にしておくことが好ましい。反応は常温でも進行するが、温度は高くなるほど反応速度は速くなる。しかし、pHが高い状態で温度が高くなると、シリル化合物の加水分解が促進されるため、高くて70℃以下にすることが好ましく、特に40～60℃で行うのが好ましい。反応の進行と終了は、ファン・スレーク(Van Slyke)法により、反

応中のペプチド類のアミノ態窒素量を測定することによって確認することができる。反応終了後、反応液は中和した後、適宜濃縮して、イオン交換樹脂、透析膜、電気透析、ゲル沪過、限外沪過などによって精製し、液体のまま、あるいは、粉末化して毛髪処理剤の調製に供される。

【0046】上記一般式(3)で表されるシリル化ペプチドにおいて、ペプチドのアミノ基へのシリル官能基(すなわち、ケイ素原子をただ一つ含む官能基)の導入率は50%以上、85%以下が好ましい。シリル官能基の導入率が50%より少ないと、シリル化合物に基づく特性が充分に発揮されないおそれがあり、また、85%より多くなると、疎水性が増して親水性が減少するおそれがある。また、一般式(4)で表されるシリル化ペプチドにおいて、ペプチドのアミノ基へのシリル官能基の導入率は50%以上、75%以下が好ましい。シリル官能基の導入率が50%より少ないと、シリル化合物に基づく特性が充分に発揮されないおそれがあり、また、75%より多くなると、疎水性が増して親水性が減少するおそれがある。

【0047】本発明のシリル化ペプチドは、例えば、特開平9-52821号公報、特開平8-81338号公報、特開平8-157340号公報等にその詳細が記載されている。

【0048】一般式(3)で表されるシリル化ペプチドや一般式(4)で表されるシリル化ペプチドの毛髪処理剤への配合量(毛髪処理剤中での含有量)としては、0.05～30.0重量%が好ましく、特に、0.5～15.0重量%がより好ましい。すなわち、シリル化ペプチドの毛髪処理剤への配合量が、上記範囲より少ないと、毛髪にツヤや潤いを付与したり、毛髪を保護したり、櫛通り性を改善したり、高分子シリコーン類の乳化安定性を向上させる効果が充分に発揮されず、また、シリル化ペプチドの毛髪処理剤への配合量が多くなっても、配合量の増加に伴う効果の増加が認められない上に、配合量が極端に多くなると、ベトツキを生じるようになるからである。そして、毛髪処理剤への配合に当たって、上記シリル化ペプチドは単独で用いても良いし、2種以上を混合して用いても良い。

【0049】本発明の毛髪処理剤において、高分子量シリコーンおよび/またはアミノ変性高分子量シリコーンおよび/またはアンモニウム変性高分子量シリコーンとシリル化ペプチドの配合割合は、高分子量シリコーン類1重量部に対して、シリル化ペプチドを0.1～10.0重量部、好ましくは0.5～3.0重量部用いるのが望ましい。

【0050】本発明の毛髪処理剤には、上記の必須構成成分の他に、目的に応じて本発明の効果を損なわない量的、質的範囲内で、さらに流動パラフィン、スクワラン、ラノリン誘導体、高級アルコール、各種エステル

油、アボガド油、パーム油、牛脂、ホホバ油、シリコン油、ポリアルキレングリコールポリエーテルおよびそのカルボン酸オリゴエステル化合物、テルペン系炭化水素油などの油分、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、グリセリン、ソルビトール、ポリエチレングリコール等の水溶性多価アルコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等の保湿剤、紫外線吸収剤、紫外線散乱剤、アクリル系樹脂、シリコーン樹脂、ポリビニルピロリドン等の樹脂類、大豆蛋白、ゼラチン、コラーゲン、絹フィブロイン、エラスチン等の蛋白または蛋白分解物、エチルバラベン、ブチルバラベン等の防腐剤、各種アミノ酸、ビオチン、バントテン酸誘導体等の賦活剤、カオリザノール、デキストラン硫酸ナトリウム、ビタミンE誘導体、ニコチン酸誘導体等の血行促進剤、硫黄、チアントール等の抗脂漏剤、エタノール、イソプロパノール、テトラクロロジフルオロエタン等の希釈剤、カルボキシビニルポリマー等の増粘剤、薬剤、香料、色剤等を必要に応じて適宜配合してもよい。

【0051】特に、毛髪処理剤が洗浄剤の場合には、使用性向上の目的で配合されるカチオン性高分子物質、例えば、カチオン変性セルロースエーテル誘導体（商品名：ポリマーJR（U.C.C.社製）等）、ポリビニルピロリドン誘導体四級アンモニウム（商品名：ガフコート（GAF社製）等）、ジアリルジメチルアンモニウムクロリドのポリマー（商品名：マーコート（Merk社製）等）、ポリアクリル酸誘導体四級アンモニウム（商品名：Cartex（National Starch社製）等）、ポリオキシエチレンポリアルキレンポリアミン（商品名：ポリコート（HENKEL社製）等）を本発明の効果を損なわない量で配合する（ゴワッキ、ヘアフレイを起こさない程度）ことにより、洗浄剤のすすぎ時の滑らかさを付与する効果は本発明による同効果にプラスされて相乗的に向上する。

【0052】本発明の剤型は任意であり、可溶化系、乳化系、粉末分散系、油-水の2層系、油-水-粉末の3層系等いずれでも構わない。乳化系の場合は、高分子量シリコーン、アミノ変性またはアンモニウム変性高分子

A. 毛髪の保護修復剤としての実施例

実施例1（ヘアフォーム）

(1) 軽質流動イソパラフィン(C12~C15)	重量%
(2) アミノ変性高分子シリコーン	3.0

[一般式(2)で、R³およびR⁴はメチル基、

R⁵は-(CH₂)_xN(CH₃)₂、x=5000、y=5]

(3) プロピレングリコール	6.0
(4) ポリオキシエチレン(80モル)硬化ヒマシ油エステル	2.0
(5) カチオン化セルロース	0.2

[商品名：ポリマーJR、UCC社製]

(6) シリル化加水分解ケラチン(実分20%)	10.0
[一般式(3)で、R ⁹ =CH ₃ 、R ¹⁰ =OH、R ¹¹ =OH、	

量シリコーンを含む油相を乳化剤、例えば、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、またはそれらの混合物で乳化して用いる。また、その乳化する際、乳化剤を水溶性多価アルコールに溶解し、高分子量シリコーンを含んだ油分を添加し、乳化して乳化組成物を作り、その組成物を水で希釈して乳化物を調製することが好ましい。

【0053】その場合に用いられる乳化剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルコレステリルエーテル、ポリオキシエチレングリセリル脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリエーテル変性シリコーン等のノニオン性界面活性剤、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化ベニルトリメチルアンモニウム、塩化セチルビリジニウム等のかチオン性界面活性剤、セチル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸ナトリウム、ヤシ油脂肪酸メチルタウリンナトリウム等のアニオン性界面活性剤が挙げられる。

【0054】また、水溶性多価アルコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ジアロビレングリコール、グリセリン、ジグリセリン、トリグリセリン、テトラグリセリン、グルコース、マルトース、マルクトール、蔗糖、フラクトース、キシリトール、ソルビトール、マルトトリオース、スレイトール、エリスリトール、澱粉、分解糖還元アルコール、ヒアルロン酸などであり、これらの一種または二種以上が用いられる。

【0055】

【実施例】次に、本発明について、実施例を挙げて説明する。本発明は、これらによって限定されるものではない。配合量は全て重量%である。

【0056】

$a=3$ 、 m の平均値=0.6、 n の平均値=4.4、
 $m+n$ の平均値=5、シリル官能基の導入率61%]

(7) イオン交換水	46.8
(8) 液化石油ガス	10.0

<製法> (3)、(4)の混合物に(1)、(2)の混合溶解物を添加し、乳化する。これに、(5)～(7)の溶液を加え、混合攪拌して原液を得る。この原液をエアゾール缶に充填し、

【0057】

実施例2 (トリートメントローション)		重量%
(1) 1,3-ブチレン glycol		2.0
(2) グリセリン		1.0
(3) 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム		0.2
(4) ポリオキシエチレン(60モル)硬化ヒマシ油エステル		1.0
(5) ジメチルポリシロキサン(5MPa·S/25°C)	10.0	
(6) 高分子量シリコーン		2.0
〔一般式(1)で、 R^1 および R^2 はすべてメチル基、 $r=5000$ 〕		
(7) シリル化加水分解ケラチン(実分20%)		1.5
〔一般式(3)で、 $R^9=CH_3$ 、 $R^{10}=OH$ 、 $R^{11}=OH$ 、 $a=3$ 、 m の平均値=0.6、 n の平均値=4.4、 $m+n$ の平均値=5、シリル官能基の導入率61%〕		
(8) エタノール	30.0	
(9) イオン交換水	52.3	
(10) 香料		適量

<製法> (5)に(6)を溶解したものを(1)、(2)、(4)の混合物に添加して乳化し、次いで、(3)、(7)～(10)の混合物

【0058】

比較例1 (ヘアフォーム)		重量%
(1) 軽質流動イソパラフィン(C12～C15)		22.0
(2) アミノ変性高分子シリコーン		3.0
〔一般式(2)で、 R^3 および R^4 はメチル基、 R^5 は $-(CH_2)_3N(CH_3)_2$ 、 $x=5000$ 、 $y=5$ 〕		
(3) プロピレン glycol		6.0
(4) ポリオキシエチレン(80モル)硬化ヒマシ油エステル		2.0
(5) カチオン化セルロース		0.2
〔商品名: ポリマーJ.R.、UCC社製〕		
(6) 水溶性加水分解ケラチン	10.0	
〔商品名: プロモイスWK-H、成和化成(株)製〕		
(7) イオン交換水	46.8	
(8) 液化石油ガス	10.0	

<製法> (3)、(4)の混合物に(1)、(2)の混合溶解物を添加し、乳化する。これに、(5)～(7)の溶液を加え、混合攪拌して原液を得る。この原液をエアゾール缶に充填し、

【0059】

比較例2 (トリートメントローション)		重量%
(1) 1,3-ブチレン glycol		2.0
(2) グリセリン		1.0
(3) 塩化ステアリルトリメチルアンモニウム		0.2
(4) ポリオキシエチレン(60モル)硬化ヒマシ油エステル		1.0
(5) ジメチルポリシロキサン(5MPa·S/25°C)	10.0	
(6) メチルフェニルポリシロキサン(重合度=10)		2.0
(7) シリル化加水分解ケラチン(実分20%)		1.5
〔一般式(3)で、 $R^9=CH_3$ 、 $R^{10}=OH$ 、 $R^{11}=OH$ 、 $a=3$ 、 m の平均値=0.6、 n の平均値=4.4、		

$m+n$ の平均値=5、シリル官能基の導入率61%]

(8) エタノール	30.0
(9) イオン交換水	52.3
(10) 香料	適量

<製法>(5)、(6)の混合物を(1)、(2)、(4)の混合物に添加して乳化し、次いで、(3)、(7)～(10)の混合物を添加して、トリートメントローションを得た。

【0060】実施例1および2、比較例1および2について、毛髪の滑らかさ、枝毛発生防止効果および枝毛修復効果の測定を行った。なお、比較例1はアミノ変性高分子量シリコーンのみを配合したものであり、比較例2では、シリル化加水分解ケラチンのみを配合したものである。

【0061】試験例1 毛髪の滑らかさの測定
同一人から採取した損傷した頭髪で毛束を作り、それぞれの毛束に実施例1、2および比較例1、2の試料を塗布し、摩擦測定器により、毛髪の摩擦係数を測定した。その後、それぞれ毛束をシャンプーで2回洗浄し、充分に水洗した後、ドライヤーで乾燥して、その毛髪の摩擦係数を測定した。その結果を表1に示す。

【0062】

【表1】

試料	塗布直後の摩擦係数	シャンプー後の摩擦係数
実施例1	0.15	0.20
実施例2	0.20	0.25
比較例1	0.30	0.45
比較例2	0.25	0.35
未塗布	0.45	0.45

【0063】表1の結果から、本発明品を用いることにより、摩擦係数が著しく低減し、シャンプー後も毛髪の滑らかさが持続していることがわかる。

【0064】試験例2 枝毛発生防止効果の測定
同一人から採取した健常な頭髪で毛束を作り、それぞれの毛束に実施例1、2および比較例1、2の試料を塗布し、機械的にブラッシングを1万回かけた時の枝毛の発生本数を数えた。各毛束は1300本の頭髪からなっている。その結果を表2に示す。

【0065】

【表2】

試料	枝毛発生本数	重量%
実施例3 (ヘアブロー)		
(1) デカメチルシクロベンタシロキサン		5.0
(2) アンモニウム変性高分子シリコーン		1.0
[一般式(2)で、R ⁹ の10%がフェニル基で、残りはメチル基、R ⁴ はメチル基、R ⁵ =-(CH ₂) ₃ N ⁺ (CH ₃) ₃ C ⁻ 、x=10000、y=2]		
(3) 1,3-ブチレングリコール	2.0	
(4) ポリオキシエチレン(60モル)硬化ヒマシ油エステル	2.0	
(5) エタノール	15.0	
(6) シリル化加水分解小麦タンパク(実分20%)	5.0	
[一般式(4)で、R ⁹ =CH ₃ 、R ¹⁰ =OH、R ¹¹ =OH、a=3、mの平均値=1.2、nの平均値=8.8、 $m+n$ の平均値=10、シリル官能基の導入率62%]		
(7) イオン交換水	70.0	
(8) 香料	適量	

<製法>(1)に(2)を溶解し、(3)、(4)の混合物に添加
し、乳化して、(5)～(8)と混合する。ディスペンサー容
器に詰め、霧状で頭髪に噴霧するヘアブローを得た。

【0069】

実施例4 (ヘアフォーム)	重量%
(1) デカメチルシクロベンタシロキサン	20.0
(2) アミノ変性高分子シリコーン	5.0
[一般式(2)で、R ³ はメチル基、R ⁴ は水酸基、 R ⁵ は-(CH ₂) ₃ N(CH ₃) ₂ 、x=3000、y=6]	
(3) ジプロピレングリコール	5.0
(4) ポリオキシエチレン変性ジメチルポリシロキサン	3.0
[商品名:SILWET 10-E、日本ユニカー(株)製]	
(5) エタノール	10.0
(6) イオン交換水	43.0
(7) シリル化加水分解大豆タンパク(実分20%)	8.0
[一般式(3)で、R ⁹ 、R ¹⁰ 、R ¹¹ がいずれもOH、 a=1、mの平均値=0.5、nの平均値=5.5、 m+nの平均値=6、シリル官能基の導入率59%]	
(8) 香料	適量
(9) ブタン	4.0
(10) ジメチルエーテル	2.0

<製法>(1)に(2)を溶解し、(3)、(4)の混合液に添加
し、乳化する。その乳化物を(5)～(8)とを混合してなる
溶液に加え、エアゾール溶液に入れて弁を取り付けた後

に(9)、(10)を充填する。
【0070】

実施例5 (ヘアクリーム)	重量%
(1) イソパラフィン	10.0
[商品名:アイソゾール400、日本石油化学(株)製]	
(2) アンモニウム変性高分子シリコーン	3.0
[一般式(2)で、R ³ はメチル基、R ⁴ は水酸基、R ⁵ は-(CH ₂) ₃ N ⁺ (CH ₃) ₃ C ⁻ 、x=18000、y=2]	
(3) ジメチルポリシロキサン(20MPa·S/25°C)	5.0
(4) トリ-2-エチルヘキサン酸グリセリンエステル	8.0
(5) ワセリン	5.0
(6) ステアリルアルコール	2.0
(7) ソルビタンモノオレート	2.0
(8) ポリオキシエチレン(40モル)硬化ヒマシ油エステル	2.0
(9) グリセリン	5.0
(10) ヒアルロン酸	5.0
(11) メチルパラベン	適量
(12) イオン交換水	52.0
(13) シリル化加水分解酵母タンパク(実分20%)	1.0
[一般式(3)で、R ⁹ =CH ₃ 、R ¹⁰ =OH、R ¹¹ =OH、 a=3、mの平均値=1、nの平均値=4、 m+nの平均値=5、シリル官能基の導入率68%]	

<製法>(1)～(8)を70°Cで攪拌溶解し、(9)～(13)を
溶解したものの中に加えて乳化し、ヘアクリームを得
る。

【0071】

実施例6 (トリートメントローション)	重量%
(1) イソパラフィン	15.0
[商品名:シェルゾール71、シェル社製]	
(2) アミノ変性高分子シリコーン	3.0
[一般式(2)で、R ³ およびR ⁴ はメチル基、 R ⁵ は-(CH ₂) ₃ N(CH ₃) ₂ 、x=8000、y=10]	

(3) 1, 3-ブチレングリコール	2. 0
(4) ポリオキシエチレン(60モル)硬化ヒマシ油エステル	2. 0
(5) シリル化加水分解コラーゲン(実分20%)	10. 0
〔一般式(3)で、 $R^9=CH_3$ 、 $R^{10}=OH$ 、 $R^{11}=OH$ 、 a=3、mの平均値=2、nの平均値=18、 m+nの平均値=20、シリル官能基の導入率67%〕	
(6) エタノール	15. 0
(7) イオン交換水	53. 0
(8) 香料	適量

<製法>(1)に(2)を溶解し、(3)、(4)の混合物に加えて乳化し、その乳化物を(5)～(8)の溶解物に加えて溶解し、トリートメントローションを得た。

【0072】B. ヘアリンス効果剤としての実施例

実施例7～12、比較例3～6

表3および表4に示す組成により、常法に従ってヘアリンスを調製した。各調製物について、下記の方法により評価した結果を併せて表3および表4に示す。

【0073】(1) 毛髪保護効果

各試料1gを長さ15cm、500～600本の毛髪束に塗布し、40℃温水、300ml中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束を乾燥させる。この毛髪束に一定の力でブラッシングを行った後に発生した枝毛、切れ毛の数をカウントし、毛髪の全数に対する枝毛、切れ毛の発生率を算出する。未処理毛での枝毛、切れ毛の発生率X%に対し、各サンプル処理毛での発生率Y%を比較し、Y/Xの値により以下のように評価した。

【0074】

- | | |
|----------------------|---------------|
| $Y/X < 0.5$ | …A (毛髪保護効果大) |
| $0.5 \leq Y/X < 0.8$ | …B (毛髪保護効果中) |
| $0.8 \leq Y/X < 1.0$ | …C (毛髪保護効果小) |
| $1.0 \leq Y/X$ | …D (毛髪保護効果なし) |

【0075】(2) 毛髪への吸着量測定

各試料2gを完全脱脂後の毛髪束4gに塗布し、温水(40℃)中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束を乾燥させる。それぞれの毛髪束より吸着物をソックスレー抽出(ジクロルメタン/メタノール=92/8v o 1%、5hr抽出)し、その重量より毛髪1g当たりの試料吸着量を算出した。各試料の毛髪への吸着性を以下のように評価した。

- | | |
|---------------|---------------|
| 30mg以上 | …A (毛髪への吸着性大) |
| 10mg以上、30mg未満 | …B (毛髪への吸着性中) |
| 10mg未満 | …C (毛髪への吸着性小) |

【0076】(3) 毛髪へのつや付与効果

各試料1gを長さ15cm、500～600本の毛髪束に塗布し、40℃温水、300ml中で振とうすぎ(100cycle)を2回繰り返した後、この毛髪束を乾燥させる。この毛髪束から任意に10本の毛髪を選び、変角光度計GP-I.R.(株)村上色彩研究所製)で入射された光に対する毛髪の反射光分布を測定し、毛髪の光

沢度(つや)を次の式により求めた。

【0077】

【数1】 $G = s/d$ (G:光沢度、s:正反射光量、d:拡散反射光量)

【0078】以上の方で求められた光沢度Gにより各試料の毛髪へのつや付与効果を以下のように評価した。

Gが1.5以上 …A (つや付与効果大)

Gが1.0以上、1.5未満 …B (つや付与効果中)

Gが0.5以上、1.0未満 …C (つや付与効果小)

Gが0.5未満 …D (つや付与効果なし)

【0079】(4) 均一コート性

毛髪のつや測定と同じ方法で調製した毛髪サンプルの走査型電子顕鏡(SEM)写真より均一コート性を評価した。各試料で処理された毛髪のSEM写真(400～1000倍)を判定者15名により、未処理毛髪のSEM写真と比較して、均一コート性が「良好」「同程度」の2段階で評価した。その判定結果より以下のように評価した。

15名全員が「良好」と答えたもの …A

15名中8～14名が「良好」と答えたもの…B

15名中、7名以下が「良好」と答えたもの…C

【0080】(5) 乾燥後の滑らかさ(毛髪に対する効果の官能評価)

試験対象者として、19才から36才の女性15名を選んだ。各試験対象者は、市販ヘアシャンプー(通常のアルキル硫酸エステル塩系シャンプー)で洗髪後の毛髪に、各試料1.2gずつを塗布し、約40℃の水ですすぎ洗いしてから、ドライヤー乾燥後の毛髪の感触を対照用試料(塩化ステアリルトリメチルアンモニウム2.0%、セトステアリルアルコール3.0%、プロピレングリコール5.0%および水90%からなるもの)と比較して、「著しく良好」、「良好」、「同程度」および「劣っている」の4段階で評価した。その15名の判定結果から以下のように評価した。

12名以上が「著しく良好」または「良好」と答えたもの…A

8～11名が「著しく良好」または「良好」と答えたもの…B

4～7名が「著しく良好」または「良好」と答えたもの…C

3名以下が「著しく良好」または「良好」と答えたもの

…D
【0081】

【表3】

実施例番号	7	8	9	10	11	12
シリル化加水分解コラーゲン ^①	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2.0	1.0	0.8	0.5	2.0	2.0
塩化ジステアリルジメチルアンモニウム	—	0.5	—	—	—	—
セトステアリルアルコール (C16/C18=7/3)	3.0	3.5	3.0	1.5	4.0	4.0
アミノ変性高分子シリコーン ^②	2.0	1.0	1.0	0.2	5.0	2.5
高分子量シリコーン ^③	—	—	—	—	—	2.5
ジメチルポリシロキサン(5cs)	10.0	10.0	10.0	10.0	5.0	—
メチルパラベン	適量	適量	適量	適量	適量	適量
色素	適量	適量	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量	適量	適量
イオン交換水	残余	残余	残余	残余	残余	残余
毛髪保護効果	A	A	A	A	A	A
毛髪への吸着性	A	A	A	A	A	A
毛髪へのつや付与効果	A	A	A	B	A	A
均一コート性	A	A	A	B	A	A
乾燥後の滑らかさ	A	A	A	A	A	A

【0082】

【表4】

比較例番号	3	4	5	6
シリル化加水分解コラーゲン ^①	—	—	—	20.0
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	2.0	1.0	2.0	2.0
塩化ジステアリルジメチルアンモニウム	—	—	—	—
セトステアリルアルコール (C16/C18=7/3)	3.0	2.0	3.0	3.0
アミノ変性高分子シリコーン ^②	—	0.05	5.0	—
高分子量シリコーン ^③	2.0	—	—	—
ジメチルポリシロキサン(5cs)	10.0	10.0	15.0	5.0
メチルパラベン	適量	適量	適量	適量
色素	適量	適量	適量	適量
香料	適量	適量	適量	適量
イオン交換水	残余	残余	残余	残余
毛髪保護効果	C	C	D	C
毛髪への吸着性	B	B	C	B
毛髪へのつや付与効果	C	C	D	C
均一コート性	C	C	B	C
乾燥後の滑らかさ	B	C	D	D

【0083】*1) : 一般式(3)で、R⁹=CH₃、R¹⁰=OH、R¹¹=OH、a=3、mの平均値=2、nの平均値=1.8、m+nの平均値=2.0、シリル官能基の

導入率6.7%、実分20%

*2) : 一般式(2)で、R³およびR⁴はメチル基、R⁵は-(CH₂)₃N(CH₃)₂、x=5000、y=5

*3) : 一般式(1)で、R¹はメチル基、R²は水酸基、
r = 7000

【0084】表3および表4からわかるように、本発明
の毛髪処理剤は、比較例に比べ、毛髪保護効果、乾燥後

の滑らかさ、毛髪への吸着性、毛髪へのつや付与効果、
均一コート性に優れたものであった。

【0085】

実施例13(ヘアリンス)	重量%
(1) シリル化加水分解ケラチン(実分20%)	15.0
[一般式(3)で、R ⁹ =CH ₃ 、R ¹⁰ =OH、R ¹¹ =OH、 a=3、mの平均値=0.6、nの平均値=4.4、 m+nの平均値=5、シリル官能基の導入率61%]	
(2) 塩化セチルトリメチルアンモニウム	0.6
(3) セトステアリルアルコール(C16/C18=6/4)	2.0
(4) アミノ変性高分子シリコーン	3.0
[一般式(2)で、R ³ およびR ⁴ はメチル基、 R ⁵ は-(CH ₂) ₃ N(CH ₃) ₂ 、x=10000、y=5]	
(5) 環状シリコン5量体	15.0
(6) グリセロールモノステアレート	1.0
(7) ステアリン酸	0.5
(8) グリセリン	5.0
(9) プロピレングリコール	5.0
(10) 黄色-4号(色素)	適量
(11) 香料	適量
(12) メチルパラベン	適量
(13) EDTA-3Na(キレート剤)	適量
(14) イオン交換水	残余

<製法>(1), (2), (8); (9), (10), (12), (13), (14)を70℃で混合攪拌し、これに、(3), (4), (5), (6), (7), (11)を70℃で混合攪拌したものを添加し、ヘアリンスを得た。得られたヘアリンスを前記実施例7~12と同様の

安定性に優れ、官能試験評価においても従来にない優れた滑らかさを示し、その上、優れた保護効果を毛髪に付与するものであった。

【0086】

方法によって評価した。その結果、このヘアリンスは、

実施例14(ヘアトリートメントクリーム)	重量%
(1) 塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム	3.0
(2) セトステアリルアルコール(C16/C18=7/3)	6.5
(3) ベヘニルアルコール	2.0
(4) ジメチルポリシロキサン(5cs)	20.0
(5) アンモニウム変性高分子シリコーン	6.0
[一般式(2)で、R ³ はメチル基、R ⁴ は水酸基、R ⁵ は-(CH ₂) ₃ N ⁺ (CH ₃) ₃ C ₁₋ 、x=18000、y=2]	
(6) 2-オクチルドデカノール	2.0
(7) ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油誘導体 (エチレンオキサイド60モル付加物)	0.3
(8) ポリオキシエチレンステアリルエーテル (エチレンオキサイド4モル付加物)	1.0
(9) シリル化加水分解小麦タンパク(実分20%)	1.0
[一般式(4)で、R ⁹ =CH ₃ 、R ¹⁰ =OH、R ¹¹ =OH、 a=3、mの平均値=1.2、nの平均値=8.8、 m+nの平均値=10、シリル官能基の導入率62%]	
(10) グリセリン	10.0
(11) ジプロピレングリコール	5.0
(12) 黄色-4号(色素)	適量
(13) 香料	適量

- (14) メチルパラベン
(15) EDTA-3Na (キレート剤)
(16) イオン交換水

適量
適量
残余

＜製法＞(1), (9)～(12), (14)～(16)を70で混合攪拌し、これに、(2)～(8), (13)を70℃で混合攪拌したものを添加し、ヘアトリートメントクリームを得た。得られたヘアトリートメントクリームを前記実施例7～12と同様の方法によって評価した。その結果、このヘアトリートメントクリームは、特に傷んだ毛髪に対し、優れた滑らかさを与え、毛髪保護効果の良好なものであった。

【0087】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の毛髪処理

剤は、毛髪に豊かな光沢と滑らかさを与え、かつ枝毛、切れ毛等の毛髪の損傷を予防し、発生した枝毛に対しては修復をして目立たなくする効果を有する毛髪処理剤である。また、本発明の毛髪処理剤をヘアリンス、ヘアトリートメント、ヘアパック等によるすぎ工程の入るヘアリンス効果剤として用いた時には、毛髪をべたつかせず、毛髪に優れた滑らかさおよび光沢を付与することができ、ブラッシング等の物理的刺激から毛髪を保護する効果が高い毛髪処理剤とができるものである。